第3章　埋　込

金属組織解析のために機械的試料作製手法が使用された当初は、この後に行う研磨作業を安全に行うことを目的として埋込み成型が行われました。手作業で行われる研磨作業中の作業者が「ケガ」をしないように、且つ、試料の角で研磨クロスを破かないように行われた作業です。その後、金属組織解析手法が材料解析にとって重要な一手法であることが認められると、さらに詳細な解析データが要求されるようになり、解析装置の開発・進歩と共に高レベルな解析試料面が要求されてきました。この結果、高レベルな解析試料面を作製するためには、埋込み成型の優劣も重要な要因であることが確認されて、試料埋込機や試料埋込樹脂の開発が長年にわたって継続されています。

今日では、埋込機を用いた加熱加圧埋込(熱間埋込)、常温常圧下での埋込(冷間埋込)の二種類の方法が使用されています。双方の埋込方法で使用される樹脂は目的に応じて多種多様な製品が販売されています。

解析現場に即した自動研磨機の開発により、さらに適切な埋込み結果が求められています。試料の材質に応じて埋込方法を選択して、解析目的に応じて使用する樹脂を選択します。解析研磨面に問題点が残らないように理想的な埋込み作業を行う必要があります。

3．1　理想的な埋込み

解析に支障のない試料面を得るたるには、解析目的に応じた埋込み成型を行わなければなりません。同じ試料を同じ研磨条件で作製しても、不適切な埋込み作業が原因で試料作製が失敗することがあります。

理想的な埋込みを行うことが、高レベルな解析試料面を作製することに繋がります。解析目的に応じて、以下の三点を配慮して、適切な埋込樹脂を選択して作業を行ってください。

①樹脂の密着性
②樹脂の硬さ
③樹脂の対薬品性

3．1．1　樹脂の密着性

理想的な埋込の第一として挙げられるのは、「試料と樹脂の間に隙間が空かない埋込を行う」ことです。隙間が原因で様々な問題が発生します。条痕(キズ)が残る、エッジがダレる、表面の薄膜が壊れるなどがその例です。図 6 のように、試料と樹脂の間に隙間が空いている場合を考えてみます。

研磨作業中に、試料と樹脂の隙間に研磨砥粒や研磨屑が入り込みます。研磨作業

お問合せ先　：　株式会社　三　啓　東京試料作製センター　03(5665)0515

を続けていき、最終仕上げ研磨工程で、それまでの研磨工程で隙間に侵入した粗い研磨砥粒が飛び出して試料面に大きなキズを残します。

最終仕上げ研磨作業では、軟らかいケバのある研磨バフを使用します。隙間が空いていると研磨クロスに植え込まれたケバが試料の端面に当たります。

その結果、試料端面が研削されて丸くなります。これをエッジのダレと呼んでいます。ダレが大きくなると、光学顕微鏡で検鏡しても焦点が合わず、端面部の解析(組織や薄膜の計測)ができなくなります。

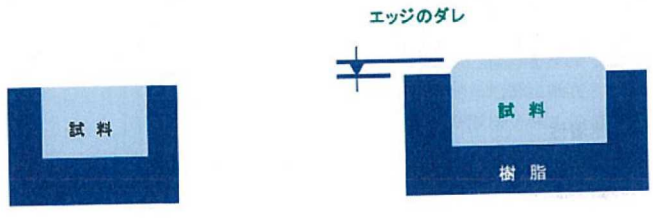
試料表面に薄膜がある状態を考えてください。隙間が空いていると、試料表面の薄膜は保護されません。適切な研磨を行っても、薄膜の破損や剥離が発生します。薄膜が非常に脆い材料である場合には、薄膜が欠け落ちてしまい、薄膜の存在さえ確認することができません。表面処理やメッキ膜など表面改質を施した試料や試料表面に堆積物が存在する試料など、試料表面付近の解析を目的とする場合には、試料への密着性が良い樹脂を使用して、試料と樹脂との間に隙間のない埋込みを行うことが必要です。

埋込み樹脂は硬化するまでの間に収縮します。「密着性の良い樹脂は収縮が少ない」と言うことができます。

3．1．2　樹脂の硬さ(被研削性)

平坦性の良い研磨面を作製することは、試料作製の重要な条件の一つです。研磨作業では、試料と樹脂が同じ量ずつ研削されることで平坦性の良い研磨面を生み出します。硬い試料には硬い樹脂、軟らかい試料には軟らかい樹脂を使用して埋込むことが良いと言えます。

硬さが不足する樹脂を使用して埋込みを行った場合、研磨工程の進行と共に樹脂の方がより多く研削されて、試料と樹脂の間に段差が生じます。露出した試料端面が研削されることによって丸くなり、エッジのダレが発生します。この結果、光学顕微鏡で観察した際に、試料端面付近の焦点が一致せず、試料表面付近の解析に支障をきたします。



・平坦性の良い試料面　　・エッジのダレが発生

図7　平坦性の良い研磨面とエッジのダレ

お問合せ先 ： 株式会社 三 啓 東京試料作製センター 03(5665)0515

3．1．3　樹脂の耐薬品性

組織を現出させるために、エッチングを行います。多くの金属試料は薬品(溶液)を使用してエッチングを行います。時として強い薬品を使用する場合もあり、耐薬品性の良い樹脂を選択することも配慮しなければなりません。

樹脂が薬品に侵されると試料と樹脂の間に隙間が空いて、その隙間にエッチング液(腐食液)が滲み出して、試料面に「シミ」を残します。エッチング液によって発生したシミは、洗浄をやり直しても取り除くことはできません。再度、研磨作業の最初の工程である。面出し研磨からやり直さなくてはなりません。

3．2 埋込み方法の選択

埋込みには二種類の作業方法があります。装置(埋込機)を使用して行う加熱埋込(熱間)方法と装置を必要としない常温硬化(冷間)埋込み方法です。試料の材質や処理数、解析目的、実験室の規模などに応じて、どちらかの方法で埋込み作業を行います。

3．2．1 加熱加圧埋込

加熱加圧埋込み作業を行うには、装置(埋込機)が必要です。シリンダー内で試料と樹脂を約 170℃、約 900daN 程度の条件で加熱・加圧して埋込みます。試料は温度と圧力に耐えられる材料でなければなりません。熱や圧力によって変形、変質する材料には使用できない埋込方法です。

加熱加圧埋込の主な利点は以下の 3 点です。

①1 個当たりの成形時間が早い

モールドの直径によって異なりますが、1 個の成形が約 10 分で可能です。常温硬化樹脂と比較して、成形時間が早いので、少しでも早く解析結果が欲しい作業に有効です。

②1 個当たりの消耗品コストが安価

フェノール樹脂(フェノリックパウダー、フェノリック)は最もエコノミーな樹脂です。

③最高レベルの埋込み効果

エポキシ樹脂(エポキシパウダー、エポキシ)を使用することで、硬くて、密着性が良く、さらに耐薬品性も良い、最も理想的な埋込成形ができます。

加熱加圧成型に使用される装置(埋込機)は成型用シリンダー内の加熱温度、加圧力・冷却などをコントロールできることが必要です。埋込機は空圧、又は油圧によって加熱装置(ヒーター)を備えたシリンダー(モールドと呼んでいます)内部に圧力をかけることができます。近年では、大昔の空冷式に代わって、冷却は水冷式の自動埋込機が主流です。冷却時間の短縮が可能になりました。

お問合せ先 ： 株式会社 三 啓 東京試料作製センター 03(5665)0515

冷却は重要です。一定時間の冷却後、試料を取り出すことで、樹脂収縮の少ない埋込みができるからです。又、冷却を省くと、モールドの寿命が短くなります。熱々の試料で火傷する危険もあります。

試料の大きさに応じて、25～50mm まで異なる内径のモールドに交換できます。

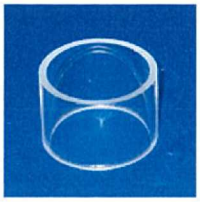
写真８の装置は、クロージャーの開閉が楽々で、操作が簡単なカラータッチパネル、予熱による加熱時間短縮、水資源の節約などの機能を備えた埋込装置です。

写真８ 空圧式自動埋込装置メカプレス３

3．2．2 常温硬化埋込

試料の材質に左右されずに、埋込成型できる方法です。主剤（樹脂）と硬化剤を一定の割合で混合して、試料をセットした埋込成形型（リング、カップ）に流し込んだ後、常温中に放置して硬化させて成型します。熱、圧力によって変形、変質が懸念される材料は常温硬化埋込で行わなければなりません。埋込機を必要せず、下述の消耗品だけで埋込みを行えます。重量比で混合するタイプのエポキシ系樹脂を使用する場合は、主剤と硬化剤を計量するための天秤が必要です。

①埋込樹脂
②埋込成形型
③離型剤
④計量用天秤
⑤計量紙コップと撹拌棒



お問合せ先 ： 株式会社 三 啓 東京試料作製センター 03(5665)0515

3．3 埋込樹脂の選択

解析目的に応じた適切な埋込樹脂を選択することで、解析可能な試料面を得ることができます。加熱加圧埋込、常温常圧埋込の双方の埋込方法に、それぞれの解析目的に応じた樹脂が用意されています。試料材質、解析目的に適した埋込方法を決定した後、最適な樹脂を選択して埋込作業を行います。

3．3．1 加熱加圧埋込樹脂

加熱加圧埋込方法に使用される樹脂には、その性質によって二種類あります。熱硬化性樹脂と熱可塑性樹脂です。各樹脂の特徴を確認した上で試料の材質と解析目的に応じて使い分けます。

①熱硬化性樹脂

加熱すると一旦溶解した後に硬化する樹脂です。熱可塑性樹脂に比べて、加熱時間と冷却時間が短いため、短時間で成型できるのが特徴です。熱硬化樹脂は硬化後は不透明ですので、中の試料の状況を確認することはできません。

◇フェノリックパウダー、フェノリック

フェノール（ベークライト）樹脂です。最も経済的な加熱埋込樹脂です。収縮率が大きめなので、小さな試料の埋込みでは試料と樹脂の間に隙間が空くことがあります。黒、赤、緑の三色があります。

◇コンダクティブパウダー、コンダクティブフェノリック

カーボンを混ぜた導電性のフェノール樹脂です。SEM観察用試料の埋込みに使用されます。

◇ガラスファイバーフェノリック

ガラス繊維が充填されていますので、焼結材料などの硬い材料の埋込に使用されます。軟らかい金属の埋込に使用すると、ガラス繊維の削粉が試料をキズ付ける場合があります。

◇エポキシパウダー、エポキシ

密着性が良いので、脱炭層、被膜の厚み等の試料の端（エッジ）を観察する試料の埋込に最適です。フェノール樹脂に比べて、高価ですので、研磨面付近5mm前後の深さ分だけ使用して、これ以外の部分はフェノリックパウダー、フェノリックを使用するとランニングコストを削減できます。

お問合せ先 ： 株式会社 三 啓 東京試料作製センター 03(5665)0515

◇フィナメット
ガラス繊維入りエポキシ系樹脂です。硬くて、密着性に優れています。軟らかい金属の埋込に使用すると、ガラス繊維の削粉が試料をキズ付ける恐れがあります。

②熱可塑性樹脂
熱可塑性樹脂はアクリル系樹脂の一種類だけです。この樹脂は硬化後が透明になるタイプが主流で、他に導電性が有るタイプ、硬度充填材の入っているタイプがあります。熱硬化性樹脂に比べて、加熱時間、冷却時間が長くしたり、加圧力を高く設定する必要があります。

◇サーモプラスチックパウダー、アクリリック
硬化後、透明に成型されますので、試料の状態や研磨位置を側面から見ながら研磨するのに適しています。冷却時は徐冷しないと白い玉（コットンボール）が成形品の中心部に発生します。電磁弁の開閉を間欠に行うような冷却機能を備えた自動埋込装置、或いは、冷却水の出・止、流量を調節できるマニュアル式埋込機での使用をお勧めします。

◇アクリリックカッパーパウダー
銅粉末が混ざっていますので、導電性があります。電解研磨装置で研磨する試料の埋込みに適しています。

◇アクリリックガラスファイバー
ガラスファイバーが充填材として混ざっていますので、熱可塑性のアクリルの特性に良く調和して、複雑形状の硬い材料の埋込みに適しています。

3．3．2
常温硬化用埋込樹脂
常温硬化用埋込み法で使用される樹脂はエポキシ系樹脂、アクリル系樹脂、ポリエステル樹脂の三種類です。

①エポキシ系樹脂

常温硬化埋込樹脂の中では最良の樹脂と言えます。試料への密着が良く、機械加工に都合の良い硬さ、エッチング液に対して優れた耐薬品を備えています。硬化後、十分に透明なので、試料の状況を観察しながら研磨できます。アキュラ、プレシ社のエポキシ系樹脂は主剤と硬化剤の二液混合タイプで、重量比で混ぜ合わせます。

品　名	色	硬化時間	硬度（ｼｭﾜD）	ﾋﾟｰｸ温度
エポホールド	透明	24時間	80	36℃
53型		24時間	83	36℃
MA2＋		12時間	62	30℃
IP		8～10時間	83	30℃
エポキシファスト		1時間30分	80	79℃

◇エポホールド

エポキシ系樹脂を始めてご使用されるお客様にお勧めの樹脂です。
電子部品から金属、セラミックス材料まで、密着性良く試料を埋込むことができます。

★混合比は重量比　→　主剤　4　：　硬化剤　1

◇53型

粘性が低い（32cps）ので、真空含浸装置と一緒に使用すると密着性、浸透性が向上します。気温の影響を受け易いため、冬季は硬化剤を多め、夏季は硬化剤を少なめに混合比を調節すると樹脂のべたつき、割れの発生を防ぐことができます。

★混合比は重量比　→　主剤　2　：　硬化剤　1

◇MA2＋

密着性が良く、ピーク温度が低いので、異形試料、熱影響を避けたい試料の埋込みに適しています。透明感が非常に良いので、試料を側面から目視で確認しながら研磨する試料に最適です。

★混合比は重量比　→　主剤　10　：　硬化剤　1

◇IP

真空含浸装置と一緒に使用して、複雑形状、多孔質な材料を密着性、浸透性良く埋込むことができます。特に電子部品の埋込みでの使用をお勧めします。

★混合比は重量比　→　主剤　10　：　硬化剤　1

お問合せ先　：　株式会社　三　啓　東京試料作製センター　03（5665）0515

◇エポキシファスト

約90分で透明に硬化しますので、急いで試料を研磨する場合に便利です。但し、埋込成形型の種類によって、硬化時間が長くなる場合があります。

②アクリル系樹脂

主剤は粉末で硬化剤が液体です。硬化時間が短いので、埋め込んで約10～15分程度で研磨を始められます。混合した液はすぐに硬化が始まりますので、混合と注入を手早く行わなければなりません。混合液の攪拌は約15～25秒にします。

混合の計量は容量比です。

品　名	色	硬化時間	硬度（ｼｭﾜD）	ﾋﾟｰｸ温度
アクリックファスト	黄	5～8分	80	79℃
KM－U	半透明	15分	90	115℃
	白	10分		
KM－V	青	10分	90	115℃
KM－EX	青	8分	96	115℃
KM－EM	黄	8分	87	95℃
KM－CO	黒	30分	62	70℃

◇アクリックファスト

硬化時の臭いを抑えたアクリル系樹脂です。迅速に硬化しますので、急ぎの研磨試料のある場合に便利です。

★混合比は容量比　→　主剤（粉）2　：　硬化剤（液）1

◇KM－U

圧力容器プレッシャーベセルの中で加圧すると、透明感が良くなります。

常圧下でも使用できます。

★混合比は容量比　→　主剤（粉）2　：　硬化剤（液）1

◇KM－V

鉱物充填材が混ざっていますので、収縮を抑え、樹脂硬度の高い埋込みができます。

★混合比は容量比　→　主剤（粉）2　：　硬化剤（液）1

◇KM－EX

お問合せ先　：　株式会社　三　啓　東京試料作製センター　03（5665）0515

硬い試料から被膜の付いた試料、熱処理した試料など、エッジ観察目的の埋込みに適しています。

★混合比は容量比　→　主剤（粉）2　：　硬化剤（液）1

◇KM－EM

試料表面のレプリカ作成用です。

★混合比は容量比　→　主剤（粉）2　：　硬化剤（液）1

◇KM－CO

導電性がありますので、SEM観察用試料、電解研磨用試料の埋込に使用します。

★混合比は容量比　→　主剤（粉）8　：　硬化剤（液）3

③ポリエステル系樹脂

二液混合タイプで埋込後の透明感が良くて、硬化時間も約1時間、しかも低価格なので、非常に人気のある樹脂です。

しかし、発泡性が高く、可燃性の高い成分が硬化剤に含まれているため、保管に注意が必要です。 ポリエステル系埋込樹脂製品の中には毒劇法の対象物質が含まれている場合があり、国内では販売が難しいため、 アキュラ、プレシ社の製品ラインにはありません。

3．4 実際の埋込作業

埋込方法と樹脂の選択が適切であっても、不適切な作業を行えば理想的な埋込みはできません。研磨はやり直すことができますが、埋込みを失敗した場合は、やり直しができません。成型を失敗した場合、作業をやり直すためには試料を取り出さなければなりません。しかし、一旦、埋込した樹脂の中から試料にダメージを与えずに取り出すことは不可能です。

3．4．1

埋込機を使用する加熱加圧埋込は次の手順で行います。

①モールド径の選択
②樹脂の選択
③埋込条件の設定
④試料のセット
⑤樹脂の注入

⑥トップクロージャーを閉じる
⑦加熱・加圧開始
⑧一定時間の待機
⑨トップクロージャーの開放
⑩試料の取り出し

それぞれの作業は、選択する樹脂やモールド、設定条件など適切に作業を行わなければなりません。

◇実際の加熱加圧埋込作業は以下の通り行ってください。

①モールドの選択
埋込みを行う試料の大きさに適したモールド径を選択して埋込機に取り付けます。

メカプレス 3 はモールド交換、清掃が簡単です

②樹脂の選択
解析目的に適した樹脂を選択して使用します。

③埋込条件の設定
埋込樹脂、モールドサイズに対応した条件設定を行います。
★メカプレス 3 の場合は、以下の条件を作業前に設定してください。
*温度設定　：170℃
*加熱時間　：300～660 秒
*冷却時間　：180～540 秒
*加圧力　　：900～2400daN
*間欠冷却　:熱可塑性樹脂を使用する時に設定

2個同時埋込の場合は、1 個埋込の時のパラメーターに、加熱温度を 5℃、加熱時間 60 秒、冷却時間を 60 秒、加圧力を 100daN 足してください。

④試料のセット
トップクロージャーをモールド頂上から外します。下ラムを上昇させます。試料を下

お問合せ先 ： 株式会社 三 啓 東京試料作製センター 03(5665)0515

ラムの中心に研磨面を下に向けて置きます。最後に下ラムをモールドの一番下まで降下させて停止します。

⑤樹脂の注入

粉末、顆粒をモールド内に、ゆっくり静かに注ぎます。プリモールドの場合はモールド内に挿入します。勢いよく樹脂を入れると、試料が動いてしまう場合があります。試料が中心から外れた位置で埋め込まれると、研磨中に、試料の片減りが生じる場合があります。

モールド径 11/2 インチ(38.1mm)に フェノリックパウダーを付属のスプーン一杯注いだ場合、成形品の高さは約 1cm です。二杯ならば、約 2cm になります。実際には試料の体積が加算されますので、もっと高くなることに注意してください。

2個同時埋込の場合、一個の成形品の高さは 16mm までです。

⑥トップクロージャーを閉じる

トップクロージャーをモールドの真上に取り付けます。

⑦加熱・加圧

自動機ではスタートボタンを押すだけで加熱、加圧、冷却を埋込完了まで自動的に作業します。

マニュアル式埋込機 MA(MA-E3)では、ジョイステッィク操作で、加圧力を適正値まで上げます。加圧から 1～2 分の間は樹脂が熱で溶けて、圧力ゲージの目盛りが下がってきます。加圧力が希望圧力より下がった場合は、樹脂が膨れたり、割れたりすることがありますので、必ず、加圧力を目標圧力のゲージ位置まで上昇させてください。下がったら上げる、加圧操作を繰り返す必要があります。

マニュアル式埋込機 MA(ジャッキの無い手動埋込機です)

⑧一定時間の待機

設定した加熱、加圧時間が経過すると樹脂は硬化します。

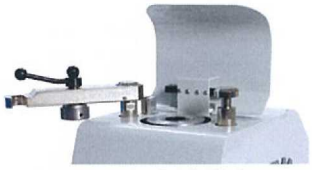
★自動装置では埋込サイクルが終了するとブザーを鳴ります

★マニュアル機では、加熱停止、冷却開始、終了など殆どすべて作業者が管理、実行しなければなりません。

⑨トップクロージャーの開放

お問合せ先 ： 株式会社 三 啓 東京試料作製センター 03(5665)0515

埋込が完了したら、クロージャーを外します。



メカテック 3 の開閉簡単なクロージャー

⑩試料の取り出し

下ラムを上昇させて、成型試料を取り出します。

プレシドンシリーズのクロージャーはバイオネット式ですので、
ネジ込み式のクロージャーような噛み込みの心配がありません

注意：成型品を取り出すため、下ラムを上昇させている間、モールドの中を覗きこまないでください。成形品が飛び出して来ることがありますので危険です。
冷却しないで、成形品を取りす場合、成形試料が高温なため、火傷する危険があります。決して素手で触れないでください。

フェノリックパウダー、フェノリック、エポキシパウダー。エポキシ、フィナメット、コンダクティブパウダーなど熱硬化樹脂の場合

不良の状態	原　因	解決策
亀裂が入る	・試料が大きい ・モールド径が小さい	・試料を小さくする ・大きいモールド径を使用する
隙間が空く	・温度が低い ・加圧力不足	・加熱温度を上げる ・圧力を上げる
割れる	・樹脂の湿気を吸収	・樹脂を温める(ガス抜きする) ・ガス抜き作業を行う
膨れる	・圧力不足 ・加熱時間不足	・圧力を上げる ・加熱時間を長くする
樹脂が粒状のまま	加熱温度が低過ぎる 加熱時間不足	・加熱時間を延ばす ・温度を上げる

お問合せ先 ： 株式会社 三 啓 東京試料作製センター 03(5665)0515

サーモプラスチックパウダー、アクリリックなど熱可塑性樹脂の場合

不良の状態	原　因	解決策
白い玉が発生 (コットンボール)	・急冷 ・加熱時間の不足 ・加熱温度が低い	・冷却水の量を絞る(徐冷) ・加熱時間を延ばす ・加熱温度を上げる
隙間が空く	・温度が低い ・加圧力不足	・冷却時間を延ばす (40℃以下まで確実に冷却)

表 8 加熱加圧埋込の問題点と解決策

3．4．2 常温硬化埋込

常温硬化埋込は広範囲な材料の埋込み成型を行うことができますが、簡単なようで失敗例が多い埋込方法です。作業を行う上で細かな注意が必要です。

埋込作業は次のような手順で行います。

①埋込成形型を選択
②離型剤を塗布
③試料をセット
④樹脂の計量
⑤樹脂と硬化剤の混合、攪拌
⑥混合液を成形型に注入
⑦常温常圧中で硬化
⑧硬化後、型から成型品を抜き取り

★実際の埋込作業は以下のように行ってください

①埋込成形型を選択
成形型の直径を選択します。(「3.5 試料と成形型の大きさ」参照)

②離型剤を塗布
埋込成形型のシリンダー内側に離型剤を塗布します。底蓋にも塗布します。使い捨てリング、カップを使用する場合、離型剤の塗布は不要です。

③試料をセット
底蓋を外すタイプの埋込成形型の場合、樹脂漏れを防ぐため、底蓋をシリンダーにしっかり押し込んで嵌めてください。
試料を埋込成形型の中心に置きます。試料の位置が片寄っていると、個別荷重研磨の時に、片減りして(傾いて)研磨されてしまいます。
軽い試料の場合、樹脂を注いだ時に動いてしまったり、浮き上がってしまうことがありますので、底蓋に両面テープを貼って、試料を固定します。

お問合せ先 ： 株式会社 三 啓 東京試料作製センター 03(5665)0515

④樹脂の計量

樹脂によって混合比が異なります。それぞれの取扱説明書に記載されている通りの比率で計量します。重量比と容量比を間違えないように注意してください。

殆どのエポキシ樹脂は重量比で混合します。混合比を間違えると、固まらない、ベタつく、軟らかい、発熱して割れる、隙間が空くなど埋込成形に失敗する原因になります。樹脂計量には 0.1g 単位で計量する天秤を使用してください。

アクリル樹脂は容量比で混合します。スプーンで一杯、二杯、又は大さじ、小さじ一杯という単位で計量します。

⑤樹脂と硬化剤の混合、攪拌

二液混合タイプのエポキシ樹脂の場合

紙コップの中で計量した樹脂と硬化剤を混ぜ合わせます。攪拌には、丸棒ではなく、ヘラ状の棒を使用してください。

樹脂と硬化剤は比重が異なりますので、硬化剤が底に沈みます。コップを少し斜めに傾けて、木へらで液を、ゆっくり上下、回転させて攪拌します。

攪拌を開始して、約 10 秒で混合液が白濁します。その後すぐに透明に戻ります。そのまま約 1 分間、攪拌を続けてください。

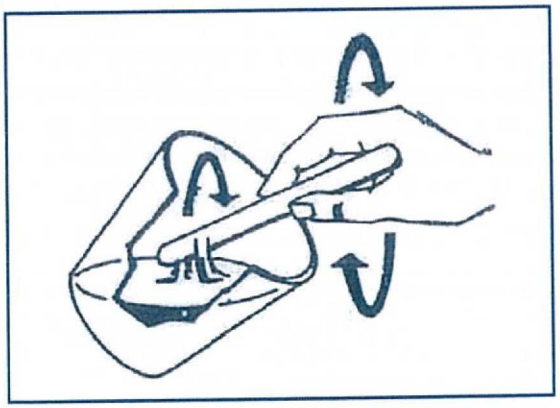


図 8 樹脂の攪拌

⑥混合液を成形型に注入

硬化時間が 8 時間以上のエポキシ樹脂の場合、泡を抜くために、紙コップの中で混合液を約 1 分程度、放置します。

混合液を木へらに這わせながら、成形型の中にそっと注ぎ込みます。勢いよく流し込むと試料が動いてしまうので、注意してください。

⑦常温常圧中の硬化

混合液を流し込んだ埋込成形型を常温(22～24℃)、常圧の環境に放置します。発熱反応で硬化しますので、一箇所に密集して成形型を置くと互いに加熱し合っ

お問合せ先 ： 株式会社 三 啓 東京試料作製センター 03(5665)0515

てしまい、硬化時間が異常に速くなり、硬化後に試料と樹脂の境に隙間が大きく開いたり、熱で樹脂に亀裂が入る原因になります。混合液を注いだ成形型はそれぞれ約 15cm 以上離して置いてください。
又、成形品の敷物にダンボール紙、新聞などを使用した場合、熱が籠もって隙間、 亀裂の原因になる場合もあります。下敷きには金属板が一番お勧めです。

⑧硬化後、型から成型品を抜き取り
底蓋を外して、試料を押し出します。使い捨てリング、カップの場合はそのまま研磨できます。

3．5 試料と埋込成形型の大きさ

標準的に 25～40mm の埋込成形型、又はモールドが用意されています。試料の大きさに応じて、成形型を選択します。

3．5．1 試料の大きさと成形型径

試料の大きさは、埋込成形型の 60～80%程度の大きさを目安にしてください。これより大きな試料を埋め込むと、成形樹脂の周囲に割れが発生する恐れがあります。硬化後に、樹脂周囲に割れが発生する大きな試料の埋込みには、もう一段大きな成形容器(カップ、リング)を使用してください。割れが発生した埋込み試料を研磨すると、シミの発生、研磨バフの破れ、点線状の条痕の発生などを引き起こします。

3．5．2 成形後の試料の高さ

手作業で研磨を行う場合には、作業者の持ち易さに依りますので、特別な制限はありません。自動研磨装置を使用する場合は、全体荷重方式、個別荷重方式の違いによって高さの配慮が必要です。自動研磨装置を使用する場合は、成形品の高さが 15 以上、20mm 以下になるよう埋め込んでください。

★全体荷重方式
全体荷重方式を使用する場合は、高さ 15mm 以上が必要です。試料ホルダーに固定するネジ位置が試料の研磨面から約 12mm の位置にあるからです。成形品の高さが 15mm より低いと、ネジが上滑りして、固定が不十分になります。

★個別荷重方式
個別荷重方式を使用する場合も最低 15mm の高さが必要です。背の低い成形試料だと、自動研磨機の加圧脚が試料に届かなかったり、ギリギリ届いたとしても、加圧力が弱い(荷重が不十分な)場合があります。加圧力が弱いと研磨不足によって、試料表面に条痕が残るなどの問題が発生します。

お問合せ先 ： 株式会社 三 啓 東京試料作製センター 03(5665)0515

注意：埋込試料の高さと自動研磨機の試料ホルダー

解析目的や解析装置、SEM の試料台の深さなど、様々な理由で 15mm より低い埋込試料が必要な場合には、工夫が必要になります。

★加熱加圧埋込

使用する樹脂の量を少なくしてください。但し、実際の試料の高さを通常より低く切断をしておくことが必要です。

樹脂の量が足りないと、上ラムを傷つける原因になりますので、注意が必要です。

★常温硬化埋込

使いまわしの成型容器の場合は注ぐ樹脂の量を少なめにして、使い捨てリング・カップの場合は、リング切断して背を低くしてください。

上記の二つの工夫をして埋込み作業を行った試料を個別荷重方式で研磨します。試料の低いため、加圧力不足が生じる場合があります。通常よりも研磨面に条痕が多数残る場合は、荷重を 0.5daN～1daN 高く設定してみてください。

3．6　常温硬化樹脂の硬化時間

常温硬化樹脂はその名の通り、樹脂の混合、成型容器への注入、放置して硬化させる全ての作業を常温中で行います。その硬化時間は樹脂原液の液温と樹脂と硬化剤の混合液を埋込成形型に注入した後の放置の環境温度に大きな影響を受けます。通常、常温硬化樹脂は以下の条件でおおよその硬化時間を表示します。

★試　料	：金属材料
★成型容器の径	：30mm
★主剤、硬化剤の液温	：22～24℃
★注入環境温度	：22～24℃
★放置環境温度	：22～24℃

公表された硬化時間よりも早く固まる場合には、標準より大きな収縮が発生します。その結果、収縮が大きくなり、試料と樹脂の間に隙間が空いてしまいます。

又、常温硬化埋込法の作業手順を紹介した項に記述した通り、エポキシ系樹脂の硬化は発熱反応です。一度に多量の埋込み作業を行い、これらをまとめて一ヶ所に置いた場合、お互いに温め合って硬化時間が早くなってしまいます。それぞれの埋込

成形型を 15cm 以上離して置いてください。混合液の温度、環境温度(室温など)の変化、埋込容器のサイズ・材質など様々な環境変化によって硬化時間は違います。硬化時間の長短は以下のように変化します。

①温　度

液温と放置環境の温度、どちらも大きな影響があります。前述したように、温度が高くなると短時間で硬化します。逆に温度が低い場合は硬化時間が長くなります。実験室内の温度によって、液温も大きな影響を受けます。冬季や夏季、空調を停止した二日間の休み明けには液温が上下している可能性があります。休み明けの午前中に常温硬化埋込作業を行うことは避けた方が良いです。

②成形型の直径

大口径の埋込成形型(φ11/4 インチ、φ40mm 以上)を使用する場合は早めに硬化します。大量の樹脂を使用すると反応が促進されて発熱が大きくなるためです。大き過ぎる埋込容器(成形型)は隙間が空く原因になります。適切な型径を選択してください。大きな直径の成形型に極小な試料を入れた場合、特に試料が非金属な場合、反応が早くなって発泡、割れが生じる場合もありますので、大きなサイズの成形型を使用する場合は注意が必要です。

3．7埋込樹脂の管理

湿気と低温で使用できなくなることがあります。この点に注意して、保管、管理を行ってください。

◇湿　気

埋込樹脂は湿気を嫌います。加熱加圧樹脂、常温硬化樹脂共に湿気を避けて保管してください。湿気を吸収してしまった場合は、硬化後の成形品に亀裂が入ったり、硬化不良を起こしたり、製品本来の性能を発揮しなくなります。

保管時と使用後は、湿気ないように容器の蓋をしっかり閉めてください。

◇温　度

エポキシ樹脂は直射日光の当たる場所を避けて、室温で保管していただくことをお勧めします。冷蔵庫に入れて冷やさないでください。

エポキシ系樹脂の主剤は長時間低温下で輸送、保管すると一部の成分が結晶化する場合があります。結晶化した主剤に硬化剤を混ぜても硬化しない場合があります。その場合、主剤を 40～50℃のお湯に 5～6 分漬けて、液温を 22～23℃に戻してから使用してください。湯煎して液温を戻した樹脂は翌日から、使用されることをお勧めします。

お問合せ先 ： 株式会社 三 啓 東京試料作製センター 03(5665)0515

3．8 真空含浸装置

岩石、多孔質材料、管内部の堆積物の解析、試料の外周部から入ったクラックの解析などを目的とする試料の埋込には真空含浸装置を使用して埋込み作業を行ってください。気孔や堆積物のクラック部などに樹脂を侵入させて試料本来の状態を忠実に再現するためです。

クラックに樹脂が侵入していない場合は、研磨作業によってクラック部のエッジがダレてしまったり、クラックそのものに破壊が発生する可能性があります。クラック本来の姿が再現できなくなります。クラックや気孔に樹脂を確実に侵入させることで、研磨によるクラックの端面破壊や粒子の抜け落ちを少なくします。

流動性の良いエポキシ樹脂53型、又はエポキシ樹脂 IPと真空含浸装置 ポリバック、プレシドンMV02を併用して埋込みを行います。研磨材、研磨圧力などで試料本来の構造を破壊しないように、気孔や亀裂の内部に予め確実に樹脂を侵入させることが必要です。

ポリバック

MV02

MV02は別置き式の真空ポンプと接続して、真空度 650mmHg まで引く、真空含浸装置の必要機能を全て備えたスタンダードモデルです。ポリバックは真空ポンプを内蔵して、プログラミング機能、タイマー機能による真空→減圧→真空を繰り返し行うことで試料に対する樹脂の浸透と密着性を高める高機能真空含浸装置です。

3．9 埋込試料の面取り

成型後の埋込試料の周囲は鋭角になっています。この部分を削り取ることを「面取り」と呼んでいます。

埋込みの後に行う研磨作業で、鋭い端面部が研磨クロスを引っ掻いてキズをつける恐れがあります。研磨クロスの材質によもよりますが、面取り作業を行わずに研磨作業を行った場合、研磨バフの寿命は 30～40%短くなると考えられます。特に手作業による研磨作業では、エッジ(端部)を引っ掛けて試料を飛ばしてしまう恐れがありま

お問合せ先 ： 株式会社 三 啓 東京試料作製センター 03(5665)0515

す。
　研磨作業の安全性、研磨クロスのコストを考えて、面取り作業を行うことをお勧めします。
　面取り作業は耐水研磨紙#180、又は#240 を使用して行います。1 分程度の作業になります。研磨面は大きめに面取りを行って、研磨しない面(反対側)の周囲は角が無くなる程度で十分です。

注意:個別荷重と面取り
　個別荷重の自動研磨装置で研磨を行う場合、面取り作業は行わずに、面出し研磨を先に行ってください。面出し研磨後に面取り作業を行います。
　面取り研磨によって、研磨面全体の面積比が大きく変わる(研磨面の真空度が悪くなる)と、研磨面が傾くリスクが高くなります。個別荷重の研磨では、面出しが完了してから面取り作業を行った方が安全です。
　又、電子部品を埋め込んだ試料の場合、面取りが深過ぎると、埋込試料(円筒形)の側面からの研磨位置の確認が困難になりますので、面取りを浅めに行ってください。

お問合せ先 ： 株式会社 三 啓 東京試料作製センター 03(5665)0515